

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 60-021911
 (43)Date of publication of application : 04.02.1985

(51)Int.CI.

D01F 9/14

(21)Application number : 58-126686

(71)Applicant : AGENCY OF IND SCIENCE & TECHNOLOGY
SHOWA DENKO KK

(22)Date of filing : 12.07.1983

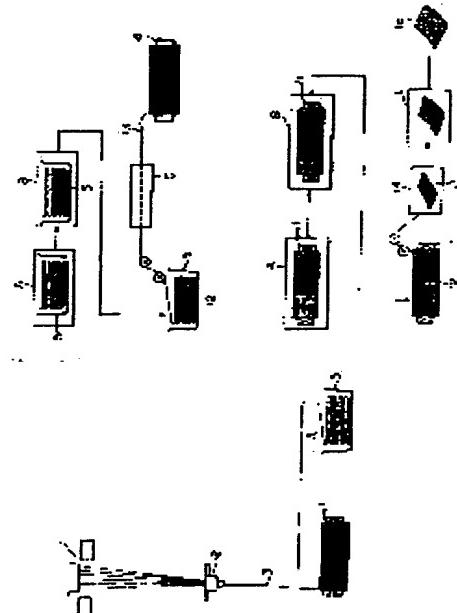
(72)Inventor : YAMADA YASUHIRO
IMAMURA TAKESHI
HONDA HIDEMASA
HIRAO YASUSUKE
TOYODA YUKIO

(54) MANUFACTURE OF CARBON FIBER PRODUCT

(57)Abstract:

PURPOSE: To manufacture the titled product having high elongation and strength at breakage, and excellent packed shape, by winding a pitch fiber bundle or depositing the bundle in a manner to be drawn out easily, infusibilizing and preliminarily carbonizing the bundle, and carbonizing and graphitizing the product in the form of filaments or after weaving or knitting.

CONSTITUTION: A coal pitch or petroleum pitch such as coal tar pitch, naphtha pitch, etc. is put into a spinning device 1, heated under pressure, and spun in the form of a pitch fiber bundle 3 by the aid of a high-speed air stream take-up device 2. The bundle 3 is deposited in the heat-resistant container 5 in a manner to be drawn out easily, or wound on a heat-resistant bobbin 11, infusibilized (A) in the container 5 or on the bobbin 11, and preliminarily carbonized (B) at 400W 650° C, preferably 500±50° C. The obtained fiber bundle 12 is continuously carbonized and graphitized (C) as it is or after forming to a woven or knit product 15 by a weaving or knitting machine 14. The product is wound on a paper bobbin 4 to obtain the objective carbon fiber 13 or woven or knit carbon fiber 16.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑯ 日本国特許庁 (JP)

⑮ 特許出願公開

⑰ 公開特許公報 (A)

昭60—21911

⑯ Int. Cl.⁴
D 01 F 9/14

識別記号

庁内整理番号
7211—4L

⑯ 公開 昭和60年(1985)2月4日

発明の数 1
審査請求 有

(全 4 頁)

⑯ 炭素繊維製品の製造法

⑯ 特 願 昭58—126686
⑯ 出 願 昭58(1983)7月12日
⑯ 発明者 山田泰弘
鳥栖市宿町字野々下807番地1
九州工業技術試験所内
⑯ 発明者 今村健
鳥栖市宿町字野々下807番地1
九州工業技術試験所内
⑯ 発明者 本田英昌
東京都杉並区和田3丁目29番23

号

⑯ 発明者 平尾庸介
大分市大字東明野2236
⑯ 発明者 豊田幸雄
大分市明野北町S19—109
⑯ 出願人 工業技術院長
⑯ 復代理人 弁理士 志賀正武
⑯ 出願人 昭和電工株式会社
東京都港区芝大門1丁目13番9
号
⑯ 代理人 弁理士 志賀正武

明細書

1. 発明の名称

炭素繊維製品の製造法

2. 特許請求の範囲

紡糸したビンチ繊維束をボビンに巻きとるか、または繊維束のまま繰り出し可能に堆積させ、これらをそのまま不融化及び400～650℃の範囲で初期炭化処理し、次いで繊維束を編織して炭化し、または繊維束を線状に繰り出して炭化し、必要によりさらに黒鉛化することを特徴とする炭素繊維製品の製造法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はコールタールビンチやナフサタールビンチ等の石炭系、石油系ビンチを原料として紡糸したビンチ繊維束より炭素繊維製品を製造する方法に関するものである。

炭素繊維は、耐熱性、耐薬品性、剛性、導電性が優れていると共に軽量であるという特性を利用して断熱材、シール材、電気材料部品、構造部材、

摩擦材料、炭素電極などに広く使用されている。

一般に炭素繊維はアクリロニトリルやセルロースなどの繊維を焼成することにより製造されているが、これらの原料はコストが高い上に炭化率が低いという欠点がある。

このため、石炭工業、石油工業の副産物として安価かつ多量に入手し得る各種ビンチを原料として炭素繊維を製造する方法が開発されている。しかしこの方法は、未だ工業的に解決すべき問題が多く残されている。

ビンチ系炭素繊維は、ビンチ繊維を炭化して造るが、上記ビンチ繊維は、原料となるコールタールビンチやナフサビンチ等の石炭系又は石油系ビンチを適宜調整した後、紡糸して造られる。上記紡糸は溶融紡糸、吹出紡糸のいずれでも可能である。溶融紡糸を行なうときには、第1図に示すように0.1～0.5mmのノズル口径を持つ紡糸器1に原料ビンチを入れ、原料ビンチの軟化点より50～90℃高い温度に加熱し、N₂ガス等の不活性ガスで0.2～2kg/cm²にビンチ上部より加圧して紡糸す

る。紡糸したビッチ繊維は、高速気流引取り装置2を通過とともに集束剤を用いるか、用いずにビッチ繊維束3とし、ボビン4に巻取る。巻取速度は100～1,000m/分またはそれ以上が可能である。通常上記巻取られたビッチ繊維束3は酸化性雰囲気中で400℃以下で不融化解処理し、引続いて非酸化性雰囲気下約1,000℃～1,500℃の温度で炭化し、更に必要に応じて2,000℃以上の温度で処理して黒鉛化繊維にする。

しかし上記ビッチ繊維束3は強度、破断伸度がそれぞれ約1kg/cm²、約2%程度と小さく脆弱で、このままの状態では、高速で繰り出したりすることは困難である。これを解決する方法としてビッチ繊維束3を多孔性耐熱受器5に堆積し、そのままの状態で酸化性雰囲気で不融化解処理を行ない、次いで非酸化性雰囲気で700℃以上で初期炭化処理を行ない強度を高める方法が提案されている（特公昭51-12740）。上記処理を行なつた炭素繊維束は引張強度は高くなるが破断伸度が小さく弾性率が高く折れ易いため、製織する

特開昭60-21911(2)
と単糸の折損による毛羽立ちが発生する。また、糸切れを防ぐため繰り出し速度を低くして炭化、又は黒鉛化処理を行なう場合にも繊維が傷つき易く炭化、黒鉛化製品の品質にバラツキが発生する不都合がある。

ところで、炭素繊維製品として出荷する荷姿としては、炭化或いは黒鉛化処理した炭素繊維を紙製ボビンに巻いたもの、又は編織したものが要求されている。したがつて、炭化或いは黒鉛化した炭素繊維を紙製ボビンに巻取るか、編織するか、編織したものを炭化、黒鉛化する必要がある。このため、炭化、黒鉛化処理を行なう前において糸切れなどが発生せず早い速度の繰り出しが出来るある程度の強度と、大きい破断伸度を有する繊維が望まれる。

本発明者らは上記の事情を考慮して、不融化解処理後のビッチ系繊維の初期炭化温度と破断伸度の関係について観察研究した結果、第2図に示すように約500℃の炭化温度の点で破断伸度のシャープな極大点が存在することを知見した。

本発明は上記の知見に基づいてなされたもので、その要旨は、紡糸したビッチ繊維束をボビンに巻きとるか、または繊維束のまま繰り出し可能に堆積させ、これらをそのまま不融化解及び400～650℃の範囲で初期炭化処理し、次いで繊維束を編織して炭化炉に入れるかまたは繊維束を板状に繰り出して炭化炉内を通して、炭化し、或いはさらに黒鉛化することを特徴とする炭素繊維製品の製造法にある。

以下本発明の方法を図面を参照して説明する。

第3図ないし第6図は本発明に係る炭素繊維製品の製造法の一例を説明する図で、第1図と同一部分には同一符号を付しその説明を省略する。

ビッチ繊維束3は耐熱受器5に堆積するか、耐熱性ボビン11に巻き取る。上記堆積され又は巻取られるビッチ繊維束3の量は熱処理が均一に行なわれるよう調節される。

上記受器5に所定量堆積されたビッチ繊維束3は、第6図に示すように受器5のまま不融化解処理（これをAという）次いで400～650℃、

好ましくは500℃±50℃で初期炭化処理（これをBといいう）する。上記条件で処理された一次炭素繊維束12は、第2図から明かのように破断伸度が極めて大きく、また破断強度も約10kg/cm²と比較的大きい。このため、しなやかで糸切れがせず、結節も容易で、早い繰り出しを行なつても切れることなく連続して炭化更には黒鉛化（これをCといいう）することが出来、均質な炭素繊維が得られる。この炭化、黒鉛化処理Cを行なつた炭素繊維13を連続して紙製ボビン4に巻取り、所定荷姿の製品とすることが出来る。

また第5図は、耐熱性ボビン11に巻き取つたビッチ繊維束3をそのままの状態で不融化解処理A、初期炭化処理Bを行なう。この一次炭素繊維12を編織又は縫接14に導き連続して繰り出し編織する。この場合も繊維がしなやかで破断強度もあり、結節出来るので、毛羽立つ事もなく、一次炭素繊維による編織品15が得られる。これを炭化、黒鉛化処理Cを行なえば炭素繊維による編織製品16となる。

第6図は耐熱性ボビン11に巻いたピッチ繊維束3を紙製ボビン4に巻いた炭素繊維とする場合を示すものである。

上記耐熱受器および耐熱性ボビン11は初期炭化処理Bの熱に耐えればよいので、あまり高価な材質を用いる必要はない。

なお、初期炭化処理Bを行なつた一次炭素繊維は、耐熱ボビン11に巻いたもの、受器5に堆積したもの共に繰り出しあはなめらかに行なわれ、以後の処理をスムーズに行なうことが出来る。

以上述べたように本発明に係る炭素繊維製品の製法は、従来の方法に比して炭化、黒鉛化時の生産性が糸の損傷もなくアップ出来、織物としても優れ、所定荷姿の優れた製品が生産性高く容易に得られる。

4. 図面の簡単な説明

第1図はピッチを溶融紡糸してピッチ繊維束に紡糸するフローを示す図、第2図は初期炭化処理における処理温度と破断伸度の関係を示す図、第3図ないし第6図は本発明に係る方法の説明図で、

特開昭60-21911(3)

第3図は耐熱性ボビンに巻いた或いは耐熱受器に堆積したピッチ繊維束を造る工程を示す図、第4図は耐熱受器に堆積したピッチ繊維を紙製ボビンに巻いた炭素繊維製品とする工程を示す図、第5図は耐熱性ボビンに巻いたピッチ繊維束を炭素繊維製品とする工程を示す図、第6図は耐熱ボビンに巻いたピッチ繊維束を紙製ボビンに巻いた炭素繊維製品とする図である。

1 ……紡糸器、2 ……高速気流引取り装置、3 ……ピッチ繊維束、4 ……ボビン、5 ……耐熱受器、11 ……耐熱性ボビン、12 ……一次炭素繊維、13 ……炭素繊維、14 ……織機機、15 ……一次炭素繊維による織織品、16 ……炭素繊維網織製品、A ……不炭化処理、B ……初期炭化処理、C ……炭化、黒鉛化処理。

出願人 工業技術院長

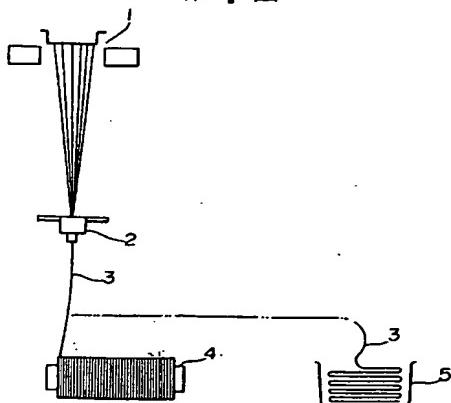
代理人 九州工業技術試験所長

復代理人 弁理士 志賀正武

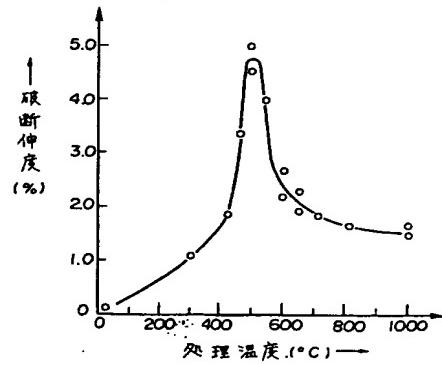
出願人 昭和電工株式会社

代理人 弁理士 志賀正武

第1図

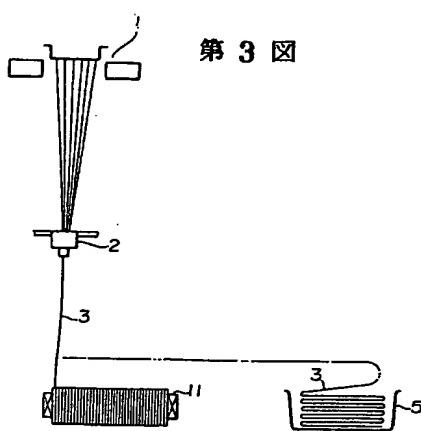


第2図

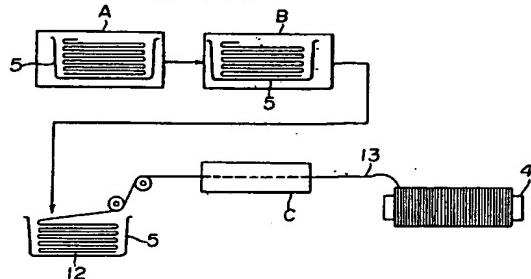


特開昭60-21911(4)

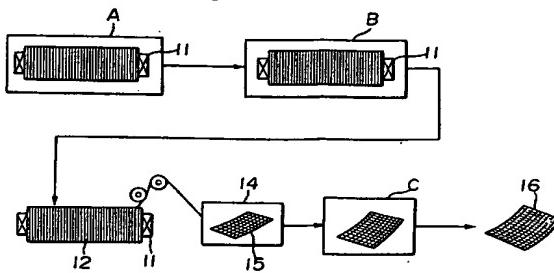
第3図



第4図



第5図



第6図

